

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-086771

(43)Date of publication of application : 30.03.1999

(51)Int.Cl.

H01J 37/26  
H01J 37/244  
H01J 49/44

(21)Application number : 09-248122

(71)Applicant : HITACHI LTD

(22)Date of filing : 12.09.1997

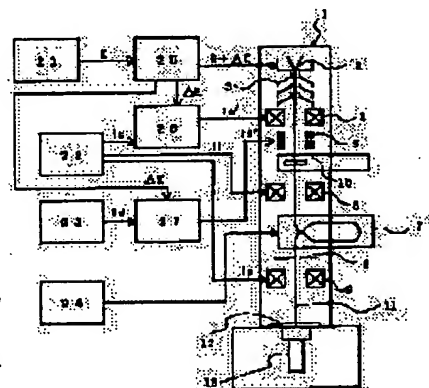
(72)Inventor : TANIGUCHI YOSHIFUMI  
TAYA TOSHIMICHI  
KOBAYASHI HIROYUKI

## (54) TRANSMISSION ELECTRON MICROSCOPE MOUNTED WITH ENERGY FILTER

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an energy filter image with a same irradiation condition without changing beam position, beam tilt angle, irradiation current amount, beam diameter, etc., on a sample surface even if offset voltage is overlapped with accelerating voltage.

SOLUTION: A lens current value  $I_c'$  of focus lens system when an offset voltage is overlapped, the lens current value  $I_c$  of focus lens system when a coil current value  $I_d'$  of an irradiation deflecting coil is not overlapped with the offset voltage, a coil current value  $I_d$  of the irradiation deflecting coil, value  $E$  which has been relativistically corrected for accelerating voltage when there is no overlapping of the offset voltage, and a value  $E'$  which has been relativistically corrected for the accelerating voltage when there is overlapping of the offset voltage are used, the current value of focus lens system and irradiation deflecting coil is changed so as to be represented by  $I_c' = I_c \cdot \sqrt{E'/E}$ ,  $I_d' = I_d \cdot \sqrt{E'/E}$ .



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-86771

(43) 公開日 平成11年(1999) 3月30日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

識別記号

F I

H 0 1 J 37/26  
37/244  
49/44

H 0 1 J 37/26  
37/244  
49/44

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平9-248122

(22) 出願日 平成9年(1997) 9月12日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 谷口 佳史

茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株  
式会社日立製作所計測器事業部内

(72) 発明者 田谷 俊隆

茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株  
式会社日立製作所計測器事業部内

(72) 発明者 小林 弘幸

茨城県ひたちなか市大字市毛882番地 株  
式会社日立製作所計測器事業部内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

(54) 【発明の名称】 エネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡

(57) 【要約】

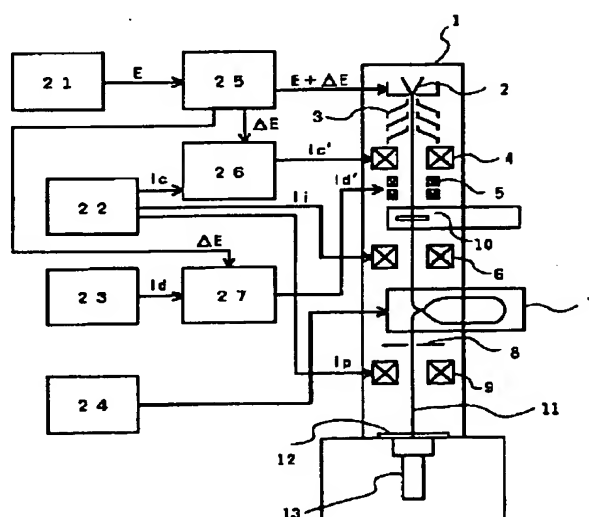
【課題】 加速電圧にオフセット電圧を重ねても試料面上のビーム位置、ビーム傾斜角、照射電流量、ビーム径などが変化せず、同一の照射条件でエネルギーフィルタ像を得る。

【解決手段】 オフセット電圧を重ねるときの集束レンズ系のレンズ電流値  $I_{c'}$  と、照射偏向コイルのコイル電流値  $I_{d'}$  が、オフセット電圧を重ねないときの集束レンズ系のレンズ電流値  $I_c$  と、照射偏向コイルのコイル電流値  $I_d$ 、および、オフセット電圧を重ねないときの加速電圧を相対論補正した値  $E$  と、オフセット電圧を重ねた加速電圧を相対論補正した値  $E'$  を用いて、次式で表されるように集束レンズ系と、照射偏向コイルの電流値を変化させる。

【数5】  $I_{c'} = I_c \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E}$

$I_{d'} = I_d \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E}$

図 1



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】電子銃と、前記電子銃から射出された電子線を加速する加速電圧と、前記電子線を試料に照射する集束レンズ系と、前記電子線を前記試料に照射する際に前記電子線を偏向させる偏向系と、前記試料の拡大像または電子線回折像を形成する結像レンズ系と、前記試料透過後の電子線をエネルギー分光するエネルギーフィルタと、前記エネルギー分光された電子線のうち特定のエネルギーを有する電子線のみを選択する手段と、エネルギー選択された電子線による像を撮像する撮像手段と、前記撮像手段によって撮像されたエネルギー選択像を記録する手段と、前記加速電圧にオフセット電圧を重畳する機構を備えたエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡において、前記集束レンズ系の焦点距離と、前記電子線を前記試料に照射する際に前記電子線を偏向させる偏向系による偏向量のうち、少なくとも一方を前記オフセット電圧に依存して変化させることを特徴とするエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡。

【請求項2】前記オフセット電圧を重畳するときの前記集束レンズ系のレンズ電流値  $I_{c'}$  が、前記オフセット電圧を重畳しないときの前記集束レンズ系のレンズ電流値  $I_c$  と、前記オフセット電圧を重畳しない加速電圧の相対論補正した値  $E$  と、前記オフセット電圧を重畳した加速電圧の相対論補正した値  $E'$  を用いて、

$$\text{【数1】 } I_{c'} = k_1 \cdot I_c \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E} \\ (0.99997 < k_1 < 1.00003)$$

と表されることを特徴とする請求項1記載のエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡。

【請求項3】前記オフセット電圧を重畳するときの前記電子線偏向機構に用いた偏向コイルのコイル電流値  $I_{d'}$  が、前記オフセット電圧を重畳しないときの前記電子線偏向機構に用いた偏向コイルのコイル電流値  $I_d$  と、前記オフセット電圧を重畳しない加速電圧の相対論補正した値  $E$  と、前記オフセット電圧を重畳した加速電圧の相対論補正した値  $E'$  を用いて、

$$\text{【数2】 } I_{d'} = k_2 \cdot I_d \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E} \\ (0.99997 < k_2 < 1.00003)$$

と表されることを特徴とする請求項1記載のエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、透過型電子顕微鏡に係り、特に、試料を透過した電子線から特定のエネルギーを有する電子のみを分離して結像させることにより、微小領域の元素分布像を得ることのできるエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡に関する。

## 【0002】

【従来の技術】透過型電子顕微鏡は、電子線、電子レンズを用いて試料像を拡大、観察する装置であり、試料の微細構造を同定するのに用いられる。また、エネルギー

フィルタは試料を透過した電子線を分光し、特定のエネルギー幅の電子のみを取り出す装置である。両者を組み合わせることにより、特定のエネルギーの電子のみの像が得られるようになる。

【0003】透過型電子顕微鏡において、照射電子線は試料を透過する際に、様々な相互作用する。エネルギーを保ったまま回折して（弾性散乱して）方向が変化したり、エネルギーを失ったり（非弾性散乱して）する。非弾性散乱過程では、プラズモンと呼ばれる試料内部の電子に波を発生させたり、試料に含まれる元素に固有のエネルギー（コアロスエネルギー）を失ったりする。

【0004】このようなエネルギーロスに関する情報は、通常の透過型電子顕微鏡では区別されず、全てのエネルギーの電子線が一枚の画像に含まれていた。エネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡を用いれば、コアロスエネルギーに相当するエネルギーフィルタ像を用いて特定の元素がどこにどれくらい含まれていたかを調べることができるなど、通常の透過型電子顕微鏡では得られなかった情報が得られるようになる。

【0005】光軸の調整が完了したエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡では、エネルギーフィルタの後方にできるエネルギー分散面上に、エネルギーロススペクトルが形成される。弾性散乱電子はエネルギー分散面と光軸が交わる場所に到達するが、試料でエネルギーを失った電子は光軸からずれたところに到達する。従って、エネルギー分散面上にエネルギー選択スリットを挿入することにより、スリットを通過した電子のみの電子顕微鏡像（エネルギーフィルタ像）が得られる。弾性散乱電子だけがスリットを通過するように調整しておけば、ゼロロス像が得られる。

【0006】エネルギーロス像を観察する時は、入射電子線の加速電圧をオフセット  $\Delta E$  だけ重畳させる。エネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡は、加速電圧に相当するエネルギー  $E$  を持つ電子に対して軸調してあるので、加速電圧をオフセット電圧  $\Delta E$  だけ重畳した場合、エネルギーフィルタを通過した後、試料で  $\Delta E$  だけエネルギーをロスした電子がエネルギー選択スリットを通過する。

【0007】従って、 $\Delta E$  だけエネルギーをロスした電子によるエネルギーフィルタ像は、加速電圧を  $\Delta E$  だけ増加することによって得られる。この方法は、スリット位置が固定である上に、エネルギーフィルタを再調整する必要がないためエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡では一般的に用いられている。

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】エネルギーロス像を観察するときオフセット電圧を加速電圧に重畳すると、照射電子線のエネルギーが変化するため集束レンズ系や照射偏向コイルの特性が変化する。集束レンズ系のレンズ特性が変化する、焦点距離が変化するため、試料面

上におけるビーム径や電流密度や試料面上に到達する電子線量などが変わる。照射偏向コイルのコイル特性が変化すると試料面上の電子線の位置や、試料に入射する入射角度が変化する。この時、加速電圧を変化させることにより、照射条件が変化するので以下のような問題点が発生する。

【0009】(1) エネルギーフィルタ像を撮影するとき、エネルギーロス値によっては電子線の量が少なくなり、極めて暗い像となる場合が多い。この時、低エネルギーロス領域で焦点合わせなどを行い、目的のエネルギーロス値に設定する方法で対応する。しかしながら、オフセット電圧を重畳すると元々調整した照射条件からずれてしまうので、電子線の位置が変化したり、ビーム系が変化して最適な条件で撮影できなくなる。

【0010】(2) 特定の元素の分布像を求めるとき、その元素のコアロス電子(コアロスエネルギーに相当するエネルギーを失った電子)を含むエネルギーフィルタ像(ポストエッジ像)と、コアロス電子を含まないエネルギーフィルタ像(プリエッジ像)を撮影する。ポストエッジ像にはコアロス電子以外のバックグラウンドが存在し、プリエッジ像を用いて除去する。プリエッジ像を複数枚用いることもある。これらのエネルギーフィルタ像は同一の照射条件で撮影されることが必要条件である。

【0011】しかしながら、ポストエッジ像とプリエッジ像はエネルギーが異なるため、オフセット電圧を重畳してこれらの像を撮影すれば、照射条件が異なる。ポストエッジ像とプリエッジ像の強度が変化すれば、正確な元素分布像が得られない。

【0012】本発明の目的は、上記した従来技術の問題点を解決し、加速電圧にオフセット電圧を重畳しても試料面上のビーム位置、ビーム傾斜角、照射電流量、ビーム径などが変化せず、同一の照射条件でエネルギーフィルタ像が得られる、エネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明では、以下のような手段を講じた。

【0014】(1) 加速電圧にオフセット電圧を重畳すると同時に、オフセット電圧に依存して集束レンズ系と、照射偏向コイルの電流値を変化させる。

【0015】(2) 集束レンズ電流値と照射偏向コイル電流値は、以下のように定める。オフセット電圧を重畳するときの集束レンズ系のレンズ電流値  $I_c'$  と、照射偏向コイルのコイル電流値  $I_d'$  が、オフセット電圧を重畳しないときの集束レンズ系のレンズ電流値  $I_c$  と、照射偏向コイルのコイル電流値  $I_d$ 、および、オフセット電圧を重畳しないときの加速電圧を相対論補正した値  $E$  と、オフセット電圧を重畳した加速電圧を相対論補正した値  $E'$  を用いて、

【0016】

$$【数3】 I_c' = I_c \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E}$$

$$I_d' = I_d \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E}$$

と表されるように集束レンズ系と、照射偏向コイルの電流値を変化させる。

【0017】この構成によれば、加速電圧が変化しても集束レンズ系と、照射偏向コイルの特性が常に一定になり、異なるエネルギーフィルタ像を撮影する場合でも照射条件を同一にできる。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の実施例を詳細に説明する。図1は、本発明によるエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡の一実施例のブロック図である。1はエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡である。

【0019】高压電源21により発生された加速電圧  $E$  は、加速管3に印加され、電子銃2から放出された電子線11を一定の速度に加速する。電子レンズのレンズ電流はレンズ電源22で発生され、集束レンズ4には  $I_c$ 、結像レンズ6には  $I_i$ 、投影レンズ9には  $I_p$  のレンズ電流が流れている。偏向コイルのコイル電流は偏向コイル電源23で発生され、照射偏向コイル5には  $I_d$  のコイル電流が流れている。電子線11は集束レンズ系4により試料10上に照射される。そのとき、照射偏向コイル5により、試料10の適切な位置に、適切な角度で照射される。

【0020】エネルギーフィルタ7はエネルギーフィルタ制御装置24により一定の加速電圧  $E$  の電子線11に対して適切な電流値を流すようになっている。大部分の電子線11はエネルギーを失わずに試料10を透過するが、非弾性散乱によりエネルギーを失った電子線11は、結像光学系6を通過した後、エネルギーフィルタ7で分光され、ゼロロス電子とエネルギーロス電子は異なる軌道を通り、エネルギー選択スリット8上にエネルギースペクトルを生じる。エネルギーフィルタ7を通過後、試料10でエネルギーを失わなかったゼロロス電子は再び光軸上を進み、エネルギー選択スリット8を通過する。

【0021】試料10でエネルギーを失ったエネルギーロス電子は光軸からはずれた場所に到達するためエネルギー選択スリット8により遮られる。ゼロロス電子のみがエネルギー選択スリット8を通過するようにエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡1を調整しておけば、投影レンズ系9により結像されたゼロロス像が蛍光板12上に観察される。このとき、像はTVカメラ13等を用いて記録することもできる。

【0022】加速電圧制御装置25により加速電圧  $E$  をオフセット電圧  $\Delta E$  だけ増加させると、ゼロロス電子はエネルギー選択スリット8上で光軸からはずれた場所を通るが、試料10でエネルギーを  $\Delta E$  だけ失った電子

は、元々の加速電圧Eに戻るの、エネルギーフィルタ7でエネルギー分光された後、光軸上を進み、エネルギー選択スリット8を通過するようになる。従って、 $\Delta E$ だけエネルギーをロスした電子によるエネルギーフィルタ像が蛍光板12上に観察される。

【0023】加速電圧制御装置25がオフセット電圧を加速電圧に重畳するとき、上述したように、電子レンズのレンズ作用や偏向コイルの偏向作用が変化するため、試料面上でのビーム径やビーム位置が変化する。電子レンズや偏向コイルの作用は、レンズ電流またはコイル電流をI、コイルのターン数をN、加速電圧Eとすると、 $I \cdot N / \sqrt{E}$ を変数として表すことができる。すなわち、加速電圧が変化しても $I \cdot N / \sqrt{E}$ が一定になるようにIを制御すれば同じレンズ作用や偏向作用が得られる。

【0024】これを実現するためには、以下のようになればよい。まず、オフセット電圧のデータを集束レンズ電流制御装置26と照射偏向コイル電流制御装置27にも送る。集束レンズ電流制御装置26と照射偏向コイル電流制御装置27は、集束レンズ電流 $I_c$ と、照射偏向コイル電流 $I_d$ を調整して $I_c'$ と $I_d'$ にして集束レンズ4と照射偏向コイル5に出力する。この時、オフセット電圧を重畳するときの集束レンズ系のレンズ電流値 $I_c'$ と、照射偏向コイルのコイル電流値 $I_d'$ が、オフセット電圧を重畳しないときの集束レンズ系のレンズ電流値 $I_c$ と、照射偏向コイルのコイル電流値 $I_d$ 、および、オフセット電圧を重畳しないときの加速電圧を相対論補正した値Eと、オフセット電圧を重畳した加速電圧を相対論補正した値E'を用いて、

【0025】

$$【数4】 I_c' = I_c \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E}$$

$$I_d' = I_d \cdot \sqrt{E'} / \sqrt{E}$$

と表されるように集束レンズ系4と、照射偏向コイル5の電流値を変化させる。このように制御すれば、オフセット電圧を重畳して高エネルギーロス像を観察、撮影する場合でも、試料面上におけるビーム径やビーム位置が変化しなくなる。

【0026】電流を変化させる方法としては、

(1) 電流値のデジタルデータを変更する方法。

【0027】(2) デジタルアナログコンバーターのリファレンス電圧を調整する方法。

【0028】など、色々な方法が考えられる。

【0029】通常、レンズ電流やコイル電流はデジタル制御されている。レンズ電源や偏向コイル電源はデジタルアナログコンバーター(以下、DAC)を用いて電流値のデジタルデータをレンズ電流やコイル電流に変換す

る。例として、加速電圧100keV、レンズ電流 $I_c$ (または偏向コイル電流 $I_d$ )1Aの場合について考察する。オフセット電圧が20Vの時、補正されたレンズ電流 $I_c'$ (または補正された偏向コイル電流 $I_d'$ )は、約1.00011Aとなる。最大電流値が3Aとすると、16bitのDACを用いれば、制御可能となる。この場合、目的の電流値に設定できる精度は約0.003%となる。請求項にはこの値を元に範囲を設けている。

【0030】DACは、DACそのものの電源の他に、リファレンス電圧という端子を持っている。 $\sqrt{E'}/\sqrt{E}$ の比率でリファレンス電圧を変化させると出力電流値が $\sqrt{E'}/\sqrt{E}$ 倍になる。この方法では、オフセット電圧の情報を直接利用できるだけでなく、DACのbit数が不足していても精度よく電流値を制御できる。

【0031】図1では、エネルギーフィルタ7として鏡筒の途中に位置するインカラムタイプの $\pi$ 形エネルギーフィルタを用いて説明を行ったが、本発明はエネルギーフィルタ7の方式に依存しない。また、透過型電子顕微鏡の最終像面以降に位置するポストコラム形エネルギーフィルタを用いた場合にも適用できる。

【0032】

【発明の効果】上記したように、本発明によれば以下のような効果が達成される。

【0033】(1) エネルギーフィルタ像を撮影するとき、どのエネルギーロス値でも試料面上のビーム位置、ビーム傾斜角、照射電流量、ビーム径などが変化しないため、高いエネルギーを失ったロス像を最適な撮影することも容易になる。

【0034】(2) 特定の元素の分布像を求めるとき、ポストエッジ像とフリエッジ像とでビーム位置、ビーム傾斜角、照射電流量、ビーム径などが変化しないため、正確な元素分布像を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明によるエネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡のブロック図である。

【符号の説明】

1…エネルギーフィルタを搭載した透過型電子顕微鏡、2…電子銃、3…加速管、4…集束レンズ系、5…照射偏向コイル、6…結像レンズ系、7…エネルギーフィルタ、8…エネルギー選択スリット、9…投影レンズ系、10…試料、11…電子線、12…蛍光板、13…TVカメラ、21…高圧電源、22…レンズ電源、23…偏向コイル電源、24…エネルギーフィルタ制御装置、25…加速電圧制御装置、26…集束レンズ電流制御装置、27…照射偏向コイル電流制御装置。

【図1】

図 1

